NR

PATENT- OCH REGISTRERINGSVERKET
Patentavdelningen

SE00/0045Z

Intyg Certificate RSC'D 10 MAY 2000

PCT/ SE 00 / 0 0 4 5 2



Härmed intygas att bifogade kopior överensstämmer med de handlingar som ursprungligen ingivits till Patent- och registreringsverket i nedannämnda ansökan.

This is to certify that the annexed is a true copy of the documents as originally filed with the Patent- and Registration Office in connection with the following patent application.

- (71) Sökande Mo och Domsjö AB, Örnsköldsvik SE Applicant (s)
- (21) Patentansökningsnummer 9900816-1 Patent application number
- (86) Ingivningsdatum Date of filing

1999-03-08

Stockholm, 2000-04-17

För Patent- och registreringsverket For the Patent- and Registration Office

Asa Bodin

*Avgift Fee*  PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Case 1537

Förfarande för framställning av blekt mekanisk och kemitermomekanisk massa

#### Tekniskt område

5

10

15

20

Föreliggande uppfinning avser ett förfarande för framställning av blekt mekanisk och kemitermomekanisk massa. Med mekanisk massa avses huvudsakligen en massa där friläggningen av fibrerna i det inkommande lignocellulosamaterialet sker medelst en eller flera raffinörer, exempelvis i enlighet med den termomekaniska massaframställningsprocessen. Den kemitermomekaniska massaframställningsprocessen liknar till stora delar termomekanisk massaframställning. Den huvudsakliga skillnaden är att man i ett försteg behandlar lignocellulosamaterialet, vanligen vedflis, med en natriumsulfitlösning, exempelvis vid en viss temperatur och under en viss tid. Därigenom blir massautbytet vanligen någon eller några procent lägre än hos termomekanisk massa. Vilket som helst lignocellulosamaterial kan användas som utgångsmaterial. Exempel på sådana material är bambu, halm, bagass, kenaf och ved. Ved är föredraget som utgångsmaterial och såväl lövved som barrved, endera för sig själv eller i blandning är höggradigt användbar. Vanligen hugges veden inledningsvis i massaframställningsprocessen upp i ett oräkneligt antal flisbitar.

Vilken (a) som helst känd (a) raffinör eller raffinörer kan användas vid fiberfriläggningen. De flesta raffinörer innehåller två malskivor, mellan vilka det gods

som skall behandlas bringas att passera. Vanligen står den ena malskivan stilla, medan den andra roterar med hög hastighet. En andra typ av raffinör är där båda malskivorna roterar motriktat. En tredje typ av raffinör uppvisar fyra malskivor, där en i mitten befintlig rotor har malskivor monterade på båda sidor.

Som blekmedel för massan användes vilket som helst känt reducerande blekmedel. Exempel på sådana blekmedel är ditionit (som ibland benämnes hydrosulfit och är föredraget), borhydrid, hydrazin och formamidinsulfinsyra.

Enligt uppfinningen är det inte nödvändigt att bleka massan utöver behandlingen med reducerande blekmedel, dock är det möjligt att bleka massan ytterligare i ett eller flera steg med användande av oxiderande blekmedel, såsom någon peroxid, eller reducerande blekmedel, som ditionit.

## Teknikens ståndpunkt

5

10

15

20

25

30

35

Vid framställning av blekt mekanisk, exempelvis termomekanisk, massa är det tidigare känt att använda såväl oxiderande blekmedel, i första hand någon peroxid, som reducerande blekmedel, i första hand ditionit. Det är även tidigare känt att bleka en och samma mekaniska massa med båda dessa typer av blekmedel, d v s ett oxiderande bleksteg efterföljt av ett reducerande bleksteg eller vice versa.

Det ovan angivna är giltigt även för kemitermomekanisk massa.

Peroxid, vanligen väteperoxid, är ett mycket effektivt blekmedel, som förlänar massan hög ljushet. Dock fordrar peroxidblekning i regel att man använder sig av separata blektorn och även övrig blekeriutrustning, som gör att de fasta kostnaderna vid peroxidblekning blir och är hög.

Vad gäller reducerande blekmedel och då i första hand ditionit, vanligen natriumditionit, kan blekmedlet förutom genom användande av blektorn även tillsättas direkt till massasuspensionen, exempelvis i ett lagringstorn, utan användande av blektorn och övrig blekningsutrustning. Det

sistnämnda innebär en sänkning av de fasta kostnaderna. Sådan känd ditionitblekning utföres vanligen inom temperaturintervallet 40-60°C. För att öka bleksvaret, d v s blekeffektiviteten, har det föreslagits att ditionit skall tillföras direkt i en raffinör (se det amerikanska patentet 5,129,987 tillhörigt Joachimides m fl och ett föredrag med titeln "Reductive Bleaching in Refiners", Tappi Pulping Conference 1998, sid 509 – 515). Detta förfaringssätt ledde till ökad blekeffektivitet i jämförelse med konventionell ditionitblekning, men uppvisade också nackdelar i form av beläggningar inuti raffinören och tendens till korrosionsskador.

5

10

15

20

25

30

För att lyckas med blekning av massan med exempelvis ditionit är det nödvändigt att kontrollera och styra massasuspensionens pH-värde, lufttillträdet till massasuspensionen, som bör begränsas i högsta möjliga grad, och massasuspensionens innehåll av farliga och oönskade metaller, exempelvis övergångsmetaller.

Övergångsmetaller, speciellt järn och mangan, är till förfång vid blekning av mekanisk massa med exempelvis såväl väteperoxid som ditionit. Närvaro av manganjoner i betydande mängd är speciellt allvarligt vid blekning av massa med väteperoxid, medan vid blekning av massa med ditionit är det järnjonerna, som är speciellt farliga. Vanligen brukar man avlägsna eller neutralisera dessa övergångsmetaller från massan och massasuspensionen genom att komplexbinda övergångsmetallerna med komplexbildare, exempelvis i form av etylendiamintetraättiksyra (EDTA) och/eller dietylentriaminpentaättiksyra (DTPA). Det har också föreslagits, att massasuspensionen skall tillföras förutom en komplexbildare också en reducerande kemikalie, såsom exempelvis natriumvätesulfit eller natriumsulfit. Framgång har även nåtts med att behandla vedflis med såväl enbart komplexbildare som med båda nyss nämnda kemikalier.

# Redogörelse för uppfinningen Tekniskt problem

även om det är tidigare känt, att reducerande blekmedel kan användas så att blekningens fasta kostnader höggradigt begränsas, leder förhållandet att dessa blekmedel konventionellt uppvisat en begränsad blekeffekt till, att totalkostnaden för blekningen blir betydande. En begränsad blekeffekt leder också till svårigheter med att uppnå eftersträvade, riktigt höga ljusheter hos den blekta mekaniska eller kemitermomekaniska massan.

### Lösningen

5

10

15

20

25

Föreliggande uppfinning utgör lösning på dessa problem och avser ett förfarande för framställning av blekt mekanisk och kemitermomekanisk massa, innefattande att lignocellulosamaterial, företrädesvis ved i form av flis, bringas att passera igenom åtminstone en förvärmare alternativt ett kemikaliebehandlingssystem, en ångseparator och en raffinör där lignocellulosamaterialet omvandlas till en massasuspension, som efter ångavskiljning föres vidare åtminstone till ett uppehållskärl (latencykar) och till ett sileri, varifrån huvuddelen av massasuspensionen uttages som i huvudsak färdig produkt eller uttages och föres vidare till ytterligare behandlingssteg, och att reducerande blekmedel tillsättes den framlöpande massasuspensionen utan utnyttjande av blektorn eller dylikt, kännetecknat därav, att blekmedlet tillsättes i en position efter raffinören och före silning och att blekning av massan äger rum vid för positionen och just efter positionen givet ur temperatursynpunkt drastiskt förhållande.

Vid en föredragen utföringsform av uppfinningen tillföres lignocellulosamaterialet komplexbildare före och/eller i raffinören. Vilken som helst känd komplexbildare kan användas. Föredragna komplexbildare är de tidigare beskrivna EDTA och DTPA och nitrilotriättiksyra (NTA).

30

Komplexbildare i blandning kan användas. Vidare kan komplexbildare tillföras lignocellulosamaterialet uppdelat, d v s i två eller flera positioner. Exempel på tillsatspositioner är i ångseparatorn, vanligen en cyklon av något slag, och i raffinören. Lämplig sats av komplexbildare är 0.04-1 viktprocent räknat på torrt utgångsmaterial, exempelvis ved.

5

10

15

20

25

30

35

Vidare är det möjligt att tillsätta komplexbildare till massasuspensionen i samma position som blekvätskan tillsättes massasuspensionen, eventuellt i blandning med blekvätskan.

Enligt en utföringsform av uppfinningen föres massasuspensionen efter ångavskiljningen, som företrädesvis effektureras medelst en cyklon av något slag, till en andra raffinör för ytterligare raffinering (defibrering) och därefter till ytterligare ångavskiljning, företrädesvis medelst en cyklon av något slag. Det är föredraget, att massasuspensionen tillföres komplexbildare just före och/eller i den andra raffinören. Beträffande lämplig komplexbildare och lämplig sats, se det nyss angivna. Vid tillsats av komplexbildare i två omgångar blir satsen vanligen lägre i vardera omgången än om all komplexbildare satsas i en omgång.

Vid framställning av exempelvis blekt termomekanisk massa är det mycket vanligt, att massasuspensionen behandlas i en upplösare (latency pulper) belägen just före uppehållskärlet (latencykaret). I sådant fall transporteras massasuspensionen endera från ångavskiljningen efter den första och enda raffinören eller från ångavskiljningen efter den andra raffinören till nämnda upplösare.

Massasuspensionen transporteras vanligen medelst en pump, placerad just efter upplösaren, genom ett rör till uppehållskärlet.

Enligt uppfinningen är det föredraget, att det reducerande blekmedlet tillföres massasuspensionen just i

denna pump. Flera alternativa tillsatspositioner kan dock användas för uppnående av mycket god blekeffekt.

5

10

15

20

25

30

35

Den ledning som leder till upplösaren kan utgöras av en skruvtransportör och blekmedlet kan införas i denna. Till upplösaren föres vanligen spädvatten och blekmedlet kan införas i detta spädvatten, vilket senare tillföres massasuspensionen. Vidare är det möjligt att satsa blekmedlet direkt i upplösaren. Naturligtvis är det möjligt att dela upp satsen av blekmedel och tillföra massasuspensionen blekmedel exempelvis i två eller flera av de angivna positionerna.

Den ovan inkluderande i huvudkravet angivna bestämningen "den framlöpande massasuspensionen" skall förstås i bred mening. Det som avses utgöres icke enbart av när massasuspensionen strömmar fram exempelvis i en ledning eller ett rör, utan även när massasuspensionen befinner sig i kärl och behållare, exempelvis i form av upplösare och uppehållskärl, eftersom massasuspensionen även då löper framåt i form av att massasuspensionen inmatas på ett ställe i kärlet och utmatas på ett annat ställe i kärlet.

Exempel på reducerande blekmedel som är lämpliga att användas finns redan uppräknade i detta dokument och som framgår är blekmedlet ditionit ett föredraget sådant. Ditionit finns på marknaden tillgänglig i första hand som natriumditionit, d v s  $Na_2S_2O_4$ . Blekmedlet ifråga tillföres massasuspensionen i form av en vattenlösning, vars koncentration lämpligen ligger inom intervallet 20-120 g/l. Satsen av blekmedlet avgörs bland annat av hur svårblekt den aktuella massan är och vilken ljushet hos massan som önskas.

Parametrar för blekningen av massan i form av temperatur, tid, massakoncentration, pH o s v bestäms i huvudsak av de förhållanden, som naturligt råder vid framställning av, som i beskrivet fall, termomekanisk massa (TMP). Vid de ovan angivna tillsatspositionerna för blekmedlet till massasuspensionen är temperaturen naturligt mycket hög, exempelvis 80-95°C, och massakoncentrationen låg, exempelvis 2-4%. Bland annat som en följd av att temperaturen

är mycket hög blir blektiden kort, troligen inom intervallet från ett antal sekunder upp till några minuter. Blektiden är troligen delvis avhängig också av flödeshastigheten hos massasuspensionen vid tillsatsen av blekmedlet. Vad gäller pH-värdet ligger det naturligt inom intervallet 4-7. Det kan i vissa fall vara tillrådligt att justera pH-värdet något i form av tillsats av endera syra eller alkali till massasuspensionen i berörd position. För att uppnå optimalt blekresultat vid användning av ditionit som blekmedel bör pH-värdet ligga från 4.5 och uppåt. Blekningsmässigt kan ett så högt pH-värde som 8.5 användas, men ett sådant högt pH-värde är mindre lämpligt av andra skäl.

5

10

15

20

25

30

35

Från latencykaret transporteras den blekta massasuspensionen till sileriet. Vid silningen av massan uppstår en acceptmassaström och en rejektmassaström. Den viktmässiga fördelningen mellan de båda massaströmmarna varierar, bland annat beroende av hur massaframställningen gått till, exempelvis om ett eller två raffineringssteg användes. Det är inte ovanligt, att omkring 40% av den till sileriet inkommande massan uttages i form av rejektmassa.

Acceptmassan kan föras vidare till ett avvattningsfilter och från detta till ett lagringstorn, varifrån massan transporteras exempelvis till en pappersmaskin.

Rejektmassan i form av en suspension föres tillbaka i processen och bringas att passera igenom en raffinör och därefter en upplösare för att slutligt införas i huvudmassasuspensionsströmmen, företrädesvis före och i anslutning till uppehållskärlet (latencykaret) eller i uppehållskärlet (latencykaret).

Det är föredraget enligt uppfinningen att blekmedel tillföres rejektmassasuspensionen i en position efter raffinören i den kretsen och före det rejektmassasuspensionen införes i huvudmassasuspensionsströmmen.

Blekmedlet kan utgöras av ett oxiderande blekmedel, exempelvis någon peroxid, såsom väteperoxid, men det är föredraget att blekmedlet är ett reducerande blekmedel.

exempelvis ditionit. Blekmedlet tillföres rejektmassasuspensionen lämpligen i en pump belägen just efter upplösaren i den kretsen. Alternativa positioner för blekmedelstillsatsen är i ledningen mellan raffinören och upplösaren och i själva upplösaren.

## Fördelar

5

10

15

20

30

Användande av blekmedlet i enlighet med uppfinningen leder till mycket gott bleksvar, d v s blekeffekten är mycket hög. Detta kan utnyttjas på flera sätt. Exempelvis behöver man för att uppnå en viss ljushet hos massan satsa en minimal mängd blekmedel, vilket innebär låg blekkostnad, vilket i sin tur bidrar till att hålla den totala massaframställningskostnaden nere. I detta ligger också, att en viss sats av blekmedel leder till en högre ljushet hos massan än vid användande av konventionell teknik. Vid hög sats av blekmedel erhålles en jämförelsevis mycket hög ljushet hos massan, vilket kan vara efterfrågat för framställning av viss typ av papper. Genom att bleka massan som framställts i enlighet med uppfinningen ytterligare, exempelvis med ett oxiderande blekmedel, kan det vara möjligt att framställa en mekanisk massa med överraskande hög slutljushet.

# Figurbeskrivning

I figur 1 visas ett flödesschema över framställning av blekt termomekanisk massa.

# 25 Bästa utföringsform

I det följande beskrives, under hänvisning till flödesschemat enligt figur 1, dels framställning av blekt termomekanisk massa enligt känd teknik och dels sådan framställning i enlighet med uppfinningen inkluderande föredragna utföringsformer av uppfinningen. Slutligt återges sex utföringsexempel, varav ett enligt känd teknik och de övriga i enlighet med uppfinningen.

Lämpligt lignocellulosamaterial, exempelvis ved i form av flis, matas via ledningen 1 till förvärmaren 2. Ursprungsmaterialet, d v s träd av någon sort kapas i lämpliga längder (stockar), varefter dessa barkas i exempelvis en barktrumma och därefter föres dessa objekt till en flishugg där trädlängderna (stockarna) upphugges till flis. Därefter kan flisen sållas så, att lämplig storlek erhålles på den flis som upparbetas till massa och flisen kan eventuellt basas och tvättas. Inga av de nyss angivna stegen finns återgivna i flödesschemat.

5

10

15

20

25

30

35

: :

I kärlet 2 förvärmes vedflisen vid en temperatur av exempelvis drygt 100°C och vid ett vattenångtryck av exempelvis 50 kPa under en genomströmningstid av exempelvis 3 minuter.

Via ledningen 3 föres den förvärmda vedflisen till en cyklon 4. Där avlägsnas överskottsånga från vedflisen, som via ledningen 5 föres (matas) in i raffinören 6. På marknaden förekommande raffinörer redogöres för inledningsvis i detta dokument. I raffinören 6 utsättes vedflisen för förhöjt tryck, exempelvis 300-600 kPa, och för förhöjd temperatur, exempelvis 130-160°C. När vedflisen bringas att passera igenom utrymmet (spalten) mellan malskivorna, av vilken en står stilla och en roterar med hög hastighet som ett exempel, sker en huvudsaklig fiberfriläggning ledande till att en massa i form av en suspension uppstår. Massakoncentrationen ligger ungefär vid 40%. Massans grovhet bestäms av den defibreringsenergi, som vedflisen utsättes för. Den specifika energiinsatsen i denna första raffinör ligger vanligen inom intervallet 700-1200 kWh per ton torrt lignocellulosamaterial, i detta fall ved. Med att massan har en viss grovhet menas, att fiberfriläggningen icke varit hundraprocentig, utan massan innehåller en betydande mängd av icke till fullo defibrerat material i form av kvistpartier och övriga fiberagglomerat, innehållande varierande antal sammanfogade fibrer. Massans growhet bestämmes och anges med

ett freenesstal. Det vanligaste talet är CSF-talet och med CSF avses "Canadian Standard Freeness".

5

10

15

20

25

30

Massasuspensionen föres via ledningen 7 till en cyklon 8, i vilken massasuspensionen befrias från överskottsånga. Massasuspensionen vid en massakoncentration av ca 40% föres därefter via ledningen 9 till en andra raffinör 10. Även i denna raffinör kan trycket vara 300-600 kPa och temperaturen 130-160°C. Energiinsatsen i denna andra raffinör 10 hålles vanligen lägre än i den första raffinören 6 och ligger vanligen inom intervallet 500-1000 kWh per ton torr massa.

Den i ett andra steg defibrerade massasuspensionen föres via ledningen 11 till en cyklon 12, där massasuspensionen befrias från överskottsånga, varvid massan är betydligt mindre grov och därigenom uppvisar ett betydligt lägre freenesstal än vad som är fallet för massan efter det första defibreringssteget. Efter detta föres massasuspensionen via ledningen 13, som kan utgöras av en skruvtransportör, till en upplösare (latency pulper) 14. Den inmatade massasuspensionen har en massakoncentration av ca 40% och i upplösaren 14 sänkes massakoncentrationen till exempelvis ca 2-4% medelst bakvatten, som tillföres via ledningen 15. Temperaturen i upplösaren 14 ligger vanligen vid 80-95°C och uppehållstiden är vanligen 2-5 minuter. Från upplösaren 14 föres massasuspensionen, vid nämnda massakoncentration, via ledningen 16 till uppehållskärlet (latencykaret) 17. Det förekommer, att ytterligare bakvatten tillföres massasuspensionen i beskriven position (ej visat i figuren) så, att massakoncentrationen sänkes, exempelvis 0.5-1 procent ytterligare. Temperaturen i latencykaret 17 är vanligen 70-80°C och uppehållstiden är längre än vad som är fallet i upplösaren 14 och uppgår vanligen till 10-30 minuter. I latencykaret 17 tillåts massafibrerna att räta ut sig.

in the car are taken as as

Massasuspension föres från latencykaret 17 vid en massakoncentration av exempelvis 2.5%, via ledningen 18 till sileriet 19. Vid silningen är det föredraget med en mycket låg massakoncentration, d v s under 1%, och därför är det nödvändigt att till massasuspensionen föra ytterligare bakvatten. Bakvattentillsatsen kan göras i ledningen 18 eller i sileriet 19 (ej visat i figuren). Den vid silningen accepterade massan, d v s acceptmassasuspensionen, föres vid en massakoncentration av under 1% via ledningen 20 till ett avvattningsfilter 21, i vilket massakoncentrationen höjes till exempelvis 10%. Från avvattningsfiltret 21 föres massasuspensionen via ledningen 22 till lagringstornet 23. På väg till lagringstornet 23 eller i detsamma utspädes massasuspensionen med bakvatten (ej visat i figuren) så, att en massakoncentration av exempelvis 4-5% uppstår. Från lagringstornet 23 föres massasuspensionen, exempelvis till en pappersmaskin, alltefter behov via ledningen 24.

5

10

15

20

25

30

35

I vissa anläggningar har man ett färdigmassakar (ej visat i figuren) inplacerat någonstans mellan avvattningsfiltret 21 och lagringstornet 23. I sådana fall kan utspädningen av massasuspensionen med bakvatten i den positionen ske i två steg, d v s såväl före eller i färdigmassakaret, så att en tillfällig massakoncentration av ca 5-6% uppstår, som efter färdigmassakaret eller i lagringstornet 23 så, att en massakoncentration i lagringstornet 23 av ca 4-4.5% uppstår. Temperaturen i lagringstornet 23 kan vara cirka 60°C.

Rejektmassan i form av en suspension föres vid en massakoncentration av ca 4% från sileriet 19 via ledningen 25 till en skruvpress 26. Orsaken till att denna massasuspensionsström har en så jämförelsevis hög massakoncentration är att rejektmassan exempelvis i ett sista silningssteg bringas att passera genom en bågsil (ej visad i figuren), varvid massakoncentrationen höjes från under 1% till ca 4%. I skruvpressen 26 ökas massakoncentrationen hos rejektmassasuspension till över 30% och uppgår exempelvis till 35%.

Vid denna höga massakoncentration inmatas rejektmassasuspensionen via ledningen 27 till raffinören 28. Trycket i denna raffinör är jämförelsevis lågt, exempelvis ett vattenångtryck av 150 kPa, och därigenom råder i raffinören en temperatur av ca 110°C. Energiinsatsen i denna rejektraffinör 28 ligger vanligen vid 1000-1400 kWh per ton torr rejektmassa. Efter defibreringen av rejektmassasuspensionen föres densamma via ledningen 30 till upplösaren 31. Den inkommande massasuspensionen har en massakoncentration av ca 35% och denna sänkes till exempelvis cirka 3%, genom tillförsel av bakvatten via ledningen 32. Temperaturen i upplösaren 31 är ca 85-90°C och genomströmnings- eller uppehållstiden exempelvis 2-4 minuter. Därefter föres rejektmassasuspensionen via ledningen 33 till latencykaret 17. Alternativt kan rejektmassasuspensionsströmmen inmatas exempelvis i ledningen 16.

Hittills har inget angivits om blekning av den termomekaniska massan. Sådan blekning kan enligt känd teknik utföras åtminstone enligt ett par sätt. Ett känt sätt består i att ett reducerande blekmedel, exempelvis natriumditionit, tillföres massasuspensionen i form av en vattenlösning just före eller i färdigmassakaret (i de fall ett sådant användes) eller just före eller i lagringstornet 23. I den positionen är temperaturen vanligen inom det intervall, exempelvis  $40\text{--}60^{\circ}\text{C}$ , som man hittills ansett vara den optimala för ett bra blekresultat. Vidare har lagringstornet en stor volym och som namnet anger rör det sig om ett torn, som har vissa likheter med ett blektorn, som man vid konventionell blekning ibland använder sig av. Vid sådan blekning är det känt både att tillsätta någon komplexbildare i systemet och att utesluta ett sådant tillsättande. I de fall komplexbildare tillsättes kan det ske exempelvis just före eller i den första raffinören 6 eller just före eller i den andra raffinören 10 eller i båda dessa positioner.

30

25

5

10

15

20

the first of the same of the same of

Till skillnad från den kända tekniken tillföres i enlighet med uppfinningen massasuspensionen vilket som helst känt reducerande blekmedel, dock med ditionit som ett föredraget blekmedel, någonstans mellan position 10, d v s den andra raffinören och position 19, d v s sileriet. I de fall defibreringen sker i endast ett steg tillföres massasuspensionen blekmedlet någonstans mellan position 6, d v s den första raffinören och position 19, d v s sileriet.

5

30

35

Det finns ett antal föredragna tillsatspositioner. 10 Den mest föredragna tillsatspositionen är att tillföra blekmedlet i form av en vattenlösning i den massapump, som är belägen vid utloppet från upplösaren 14 (ej visad i figuren) och med vars hjälp massasuspensionen, med en massakoncentration av exempelvis 2-4%, föres vidare genom ledningen 16 till 15 latencykaret 17. I den positionen har massasuspensionen vanligen en temperatur av 80-95°C och denna höga temperatur torde vara en av förklaringarna till att man erhåller ett extremt bra blekresultat vid tillsättande av blekmedlet i beskriven position. En annan delförklaring till det utmärkta 20 bleksvaret kan vara, att pumpen fungerar som en god mixer, d v s gör att blekmedlet fördelas snabbt och jämnt i massasuspensionen. Vidare finns det en teori om, att blekmedlet skall tillföras massasuspensionen relativt snabbt efter fiberfriläggningen, vilket betyder, att man minimerar 25 luftsyrets negativa inverkan på vissa kromofora grupper i massan, d v s blekmedlet hinner oskadliggöra dessa grupper innan de blir permanentade av luftsyret och detta uppfylles, som framgår, vid förfarandet enligt uppfinningen.

Andra föredragna tillsatspositioner är; i ledningen eller skruvtransportören 13 före upplösaren 14, direkt i upplösaren 14 eller genom inblandning i det bakvatten, som vanligen tillföres upplösaren 14 via ledningen 15.

Det är också möjligt att tillsätta det reducerande blekmedlet i latencykaret 17 och exempelvis i den pump (ej visad i figuren) som är belägen strax till höger om latencykaret 17 och som transporterar massasuspensionen till

grapaten de de terrer an e

sileriet 19, även om dessa tillsatspositioner icke är föredragna. Det är också möjligt att tillsätta det reducerande blekmedlet redan i ledningen 7, om exempelvis enbart en raffinör användes eller i ledningen 11 om två raffinörer användes.

5

10

15

20

25

30

35

: . :

även om det är föredraget att tillsätta blekmedlet i en position där massakoncentrationen är låg, exempelvis 2-4%, och som innebär ett huvudsakligt användande av centrifugalmassapumpar för transport av den framlöpande massasuspensionen är det fullt möjligt, att i beskrivna tillsatspositioner låta massakoncentrationen vara så hög som 15% eller mer under användande av medelkoncentrationsmassapumpar för massasuspensionens frammatande. Även vid ett sådant uppfinningsenligt förfarande erhålles ett bra bleksvar.

Enligt en föredragen utföringsform av uppfinningen tillsättes lignocellulosamaterialet (veden) och/eller massasuspensionen komplexbildare i en eller flera positioner. Exempelvis kan komplexbildaren tillföras veden genom införande av kemikalien ifråga i cyklonen 4. Ett annat lämpligt tillförselställe är cyklonen 8. Naturligtvis kan komplexbildaren tillsättas i båda dessa positioner eller i samma position som blekvätskan tillföres massasuspensionen, eventuellt i blandning med blekvätskan. Lämpliga komplexbildare och lämpliga tillsatsmängder finns angivna tidigare i detta dokument. Detta med tillsättande av komplexbildare vid framställning av blekt termomekanisk massa exempelvis, är i sig tidigare känt.

Enligt uppfinningen är det fullt möjligt att begränsa blekningen av massan till den hittills beskrivna, d v s utan att bleka den rejektmassaström som uttages från sileriet 19 via ledningen 25 och införes i huvudmassaströmmen via ledningen 33, exempelvis i latencykaret 17.

Dock är det också möjligt att bleka även rejektmassan innan den införes i huvudmassaströmmen. Denna blekning kan utföras med såväl oxiderande som reducerande blekmedel.

Particular in the second of

Det är speciellt föredraget att utföra blekningen med ett reducerande blekmedel, exempelvis ditionit. Den mest föredragna tillsatspositionen för blekmedlet är i den pump (ej visad i figuren), som finns vid utmatningsstället för massasuspensionen från upplösaren 31. Andra föredragna tillsatspositioner är; i ledningen 30 före upplösaren 31, direkt i upplösaren 31 och genom inblandning i det bakvatten som vanligen tillföres upplösaren 31 via ledningen 32.

För att uppnå riktigt höga slutljusheter är det lämpligt att tillsätta blekmedel i tre positioner, d v s ett reducerande blekmedel i tidigare angivna positioner, relativt tidigt, i huvudmassasuspensionens framlöpande plus ett reducerande eller oxiderande blekmedel till rejektmassasuspensionsströmmen plus ett reducerande eller oxiderande blekmedel sent i huvudmassasuspensionens framlöpande, exempelvis vid eller i färdigmassakaret och vid eller i lagringstornet.

Framställning av blekt kemitermomekanisk massa, som också omfattas av uppfinningen, överensstämmer till stora delar med det ovan beskrivna. Den största och nästan enda skillnaden består i, att förvärmningskärlet 2 för vedflisen är utbytt mot en impregneringsanordning, exempelvis en så kallad PREX-impregnerare, där vanligen en natriumsulfitlösning, med relativt låg mängd av Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> per liter lösning tillföres vedflisen. Även en del andra kemikalier kan tillföras vedflisen, exempelvis komplexbildare, i den positionen. Vedflisen tillåts reagera med nämnda kemikalie(r) under relativt kort tid vid förhöjd temperatur och i vattenångatmosfär, varefter vedflisen föres till exempelvis en cyklon och därefter till en raffinör där fiberfriläggning äger rum o s v. Blekning av denna massa av typ CTMP sker på beskrivet sätt i enlighet med uppfinningen.

#### Exempel 1

5

10

15

20

25

30

35

Barkad granved av skandinaviskt ursprung höggs upp till flis och sållad, basad och tvättad sådan fördes via ledningen 1 till förvärmaren 2. I denna rådde ett vatten-

ångtryck av 50 kPa. Vedflisen fördes därefter från förvärmaren 2 via cyklonen 4, d v s ångavskiljaren, till en första raffinör 6. I cyklonen 4 tillfördes vedflisen komplexbildaren EDTA i en mängd av 0.4 kg per ton torr ved. Kemikalien tillfördes som en vattenlösning med en halt av 400 g/l och vattenlösningen tillfördes i ett sådant flöde, att satsen blev den nyss angivna.

5

10

15

20

25

30

35

Raffinören 6 var av typ Jylhävaara SD62. Trycket i raffinören var 450 kPa och energiinsatsen var 1100 kWh/ton torr ved. Den efter raffineringen eller defibreringen uppkomna massasuspensionens massakoncentration var ca 40% och massans freenesstal bestämdes till ca 400 CSF. Massasuspensionen fördes via cyklonen 8, där överskottsånga avlägsnades, till en andra raffinör 10 av typ Jylhävaara SD62. Även i denna raffinör var trycket 450 kPa och eneriginsatsen var 730 kWh/ton torr massa. Den från raffinören 10 utmatade massasuspensionens massakoncentration var ca 40% och freenesstalet 130 CSF.

Denna massasuspension fördes till upplösaren 14 och till denna fördes bakvatten så, att en massasuspension med en massakoncentration av 3% uppkom. Temperaturen i upplösaren 14 låg inom intervallet 85-90°C och genomströmningstiden för massasuspensionen eller uppehållstiden var 3 minuter.

Massasuspensionen transporterades (pumpades) vidare till latencykaret 17. Ytterligare bakvatten tillfördes så, att massakoncentrationen i latencykaret 17 sjönk till 2.5%. Temperaturen sjönk något och låg inom intervallet 70-75°C. Genomströmningstiden för massasuspensionen eller uppehållstiden var 20 minuter. Det är naturligt, att temperaturen hos massasuspensionen sjunker med avståndet och tidsglappet från det andra defibreringssteget, d v s defibreringen i raffinören 10.

Massasuspensionen transporterades (pumpades) därefter vidare till sileriet 19. Massasuspensionen uppdelades i två strömmar. Acceptmassasuspensionsströmmen utgjorde ca 60% av utgångsmassan och rejektmassasuspensionsströmmen ca 40%. Acceptmassan fördes vid en massakoncentration av 0.5% vidare till avvattningsfiltret 21, på vilket massakoncentrationen höjdes till 10%. Därefter transporterades massasuspensionen till ett färdigmassakar. Bakvatten tillfördes så att massakoncentrationen i färdigmassakaret var 5.5%. Temperaturen låg inom intervallet 60-65°C. Därefter pumpades massasuspensionen till lagringstornet 23 och ytterligare bakvatten tillfördes så, att massakoncentrationen sjönk till 4%. Temperaturen i lagringstornet 23 var ca 60°C.

I pumpen vid utloppet från färdigmassakaret satsades en vattenlösning av natriumditionit i en koncentration av 60 g/l i ett sådant flöde, att satsen av blekmedlet blev 6 kg per ton torr massa. Temperaturen hos massasuspensionen i den positionen var ca 60°C och pH-värdet 5,0. Till rejektmassaströmmen satsades inget blekmedel, utan denna behandlades helt i enlighet med vad som framgår av flödesschemat enligt figur 1 för att, som angivet utan tillförande av blekmedel, slutligt införas i latencykaret 17.

Ljusheten hos massan just efter position 10 var 61% ISO bestämd enligt mätmetoden SCAN-P3:93. Ljusheten hos den blekta massan när den lämnade lagringstornet 23 var 67% ISO. Således ökades massans ljushet med 6% ISO ljushetsenheter som en följd av tillförsel av 6 kg natriumditionit per ton torr massa i beskriven position.

Detta utföringsexempel visar tillämpning av konventionell teknik och utgör ett nollprov.

# Exempel 2

5

10

15

20

25

30

35

Ovan beskrivna försök upprepades med två skillnader.

Den ena skillnaden bestod i att i stället för tillsats av natriumditionitlösning i pumpen just efter färdigmassakaret så tillsattes en likartad lösning i pumpen just efter upplösaren 14. Massasuspensionens temperatur i den positionen var 87°C och dess pH-värde 4,6. Satsen av natriumditionit var 4 kg per ton torr massa.

i li i i kan lan an sansan sa sa

Den andra skillnaden bestod i att ingen komplexbildare tillfördes vedflisen i position 4.

Massans ljushet just efter position 10 var vid detta försök 59% ISO och den färdigbehandlade massans (d v s när massan lämnade lagringstornet 23) ljushet var 67% ISO. En sådan jämförelsevis låg sats av ditionit som 4 kg per ton torr massa ledde till en överraskande ljushetshöjning, d v s en höjning närmare bestämt på 8% ISO ljushetsenheter.

## Exempel 3

10

15

20

25

30

Försöket enligt exempel 2 upprepades med den enda skillnaden att komplexbildaren EDTA tillfördes vedflisen i position 4 i en mängd av 1 kg per ton torr ved.

Genom denna tillsats av komplexbildare steg ljusheten hos massan just efter position 10 med 1% till 60% ISO. Ljusheten hos den färdigbehandlade massan var 68.8% ISO, d v s en höjning av massans ljushet på hela 8.8% ISO ljushetsenheter orsakat av enbart blekmedlet och då i sådan låg sats som 4 kg per ton torr massa.

# Exempel 4

Detta försök utfördes enligt en föredragen utföringsform av uppfinningen. Försöket enligt exempel 3 upprepades till fullo med den skillnaden och tillägget, att blekmedlet natriumditionit tillfördes även rejektmassaströmmen som utgjorde 40% av huvudmassaströmmen. Till pumpen vid utloppet från upplösaren 31 satsades en natriumditionitlösning i en koncentration av 60 g/l med ett sådant flöde, att satsen blev 6 kg natriumditionit per ton torr massa. Temperaturen hos massasuspensionen i den positionen var 85°C och pH-värdet 5.1. Massakoncentrationen var 3%. Ljusheten hos massan just efter position 10 var 62.5% ISO.

Ljusheten hos den färdigbehandlade massan, d v s i ledningen 24, var 72.3% ISO. Genom att totalt satsa 6.4 kg natriumditionit per ton torr massa ökades massans ljushet med 9.8% ISO ljushetsenheter.

#### Exempel 5

5

10

15

20

25

Försöket enligt exempel 4 upprepades med den enda skillnaden, att natriumditionittillsatsen just efter position 14 sänktes från 4 kg per ton torr massa till 2 kg per ton torr massa. Ljusheten hos massan just efter position 10 var 62.5 ISO. Ljusheten hos den färdigbehandlade massan var 69.2% ISO. En så låg total sats av blekmedlet natriumditionit som 4.4 kg per ton torr massa gav en ljushetshöjning på 6.7% ISO ljushetsenheter.

#### Exempel 6

Försöket enligt exempel 4 upprepades med den enda skillnaden, att blekmedlet natriumditionit i form av en vattenlösning innehållande 60 g  $\mathrm{Na_2S_2O_4}$  per liter tillsattes även i pumpen från färdigmassakaret i ett sådant flöde, att satsen av blekmedlet i den positionen blev 4 kg per ton torr massa.

Ljusheten hos massan just efter position 10 var 60.5% ISO.

Ljusheten hos den färdigbehandlade massan, d v s i ledningen 24, var 74.5% ISO, vilket är en hög ljushet för termomekanisk massa, som blekts enbart med natriumditionit. Genom en total sats av 10.4 kg natriumditionit per ton torr massa, uppdelade på de tre tillsatspositionerna i pumpen just efter upplösaren 14, i pumpen vid utloppet från upplösaren 31 och i pumpen just efter färdigmassakaret, ökades massans ljushet med 14% ISO ljushetsenheter.

The second of the second of the second

# **PATENTKRAV**

30

- Förfarande för framställning av blekt mekanisk och kemitermomekanisk massa, innefattande att lignocellulosamaterial, företrädesvis ved i form av flis, bringas att passera igenom åtminstone en förvärmare alternativt ett 5 kemikaliebehandlingssystem, en ångseparator och en raffinör där lignocellulosamaterialet omvandlas till en massasuspension, som efter ångavskiljning föres vidare åtminstone till ett uppehållskärl (latencykar) och till ett sileri, varifrån huvuddelen av massasuspensionen uttages som i huvudsak färdig 10 produkt eller uttages och föres vidare till ytterligare behandlingssteg, och att reducerande blekmedel tillsättes den framlöpande massasuspensionen utan utnyttjande av blektorn eller dylikt, kännetecknat därav, att blekmedlet tillsättes i en position efter raffinören och före 15 silning och att blekning av massan äger rum vid för positionen och just efter positionen givet ur temperatursynpunkt drastiskt förhållande.
- Förfarande enligt patentkravet 1,
   kännetecknat därav, att komplexbildare tillföres lignocellulosamaterialet före och/eller i raffinören.
- 3. Förfarande enligt patentkraven 1-2, känne tecknat därav, att massasuspensionen 25 just efter ångavskiljningen föres till en andra raffinör för ytterligare raffinering (defibrering) och därefter till ytterligare ångavskiljning.
  - 4. Förfarande enligt patentkravet 3, kännetecknat därav, att massasuspensionen tillföres komplexbildare just före och/eller i den andra raffinören.

- 5. Förfarande enligt patentkraven 1-4, k ä n n e t e c k n a t d ä r a v, att massasuspensionen föres också till en upplösare (latency pulper) belägen just före uppehållskärlet (latencykaret).
- 5 6. Förfarande enligt patentkravet 5, kä n n e t e c k n a t d ä r a v, att blekmedlet tillföres massasuspensionen i en pump belägen i anslutning till upplösaren, vilken pump bringar massasuspensionen att i ett rör transporteras till uppehållskärlet.
- 7. Förfarande enligt patentkraven 1-6,
  k ä n n e t e c k n a t d ä r a v, att rejektmassasuspension från sileriet bringas att passera igenom en raffinör och därefter en upplösare för att slutligt införas i huvudmassasuspensionsströmmen, företrädesvis före och i anslutning till uppehållskärlet (latencykaret) eller i uppehållskärlet (latencykaret).
  - 8. Förfarande enligt patentkravet 7,
    k ä n n e t e c k n a t d ä r a v, att blekmedel tillföres
    rejektmassasuspensionen i en position efter raffinören i den
    kretsen och före det rejektmassasuspensionen införes i huvudmassasuspensionsströmmen.

- 9. Förfarande enligt patentkravet 8, k ä n n e t e c k n a t d ä r a v, att blekmedlet är ett reducerande blekmedel.
- 25 10. Förfarande enligt patentkraven 8-9, känne tecknat därav, att blekmedlet tillföres rejektmassasuspensionen i en pump belägen i anslutning till upplösaren i den kretsen.

11. Förfarande enligt patentkraven 1-10 k ä n n e t e c k n a t d ä r a v, att vid positionen för tillsats av blekmedlet och just efter positionen är massasuspensionens temperatur ur blekningssynpunkt mycket hög, företrädesvis 80-95°C, och fastämneshalten eller koncentrationen låg, företrädesvis 2-4%.

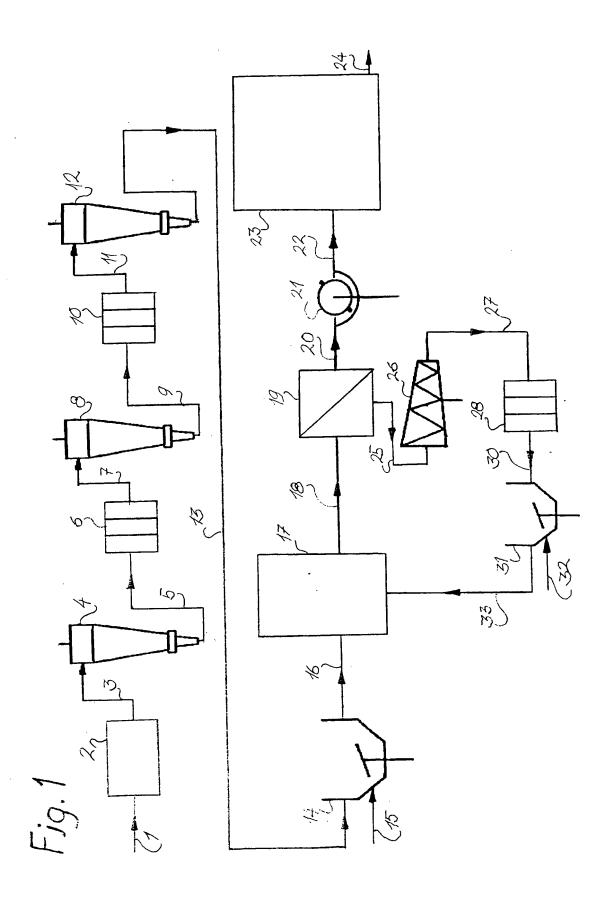
5

12. Förfarande enligt patentkraven 1-11, kännetecknatdärav, att blekmedlet utgöres av ditionit, exempelvis natriumditionit =  $Na_2S_2O_4$ .

Förfarande för framställning av blekt mekanisk och kemitermomekanisk massa

#### SAMMANDRAG

Det finns vid blekning av mekaniska och kemitermomekanisk massa med reducerande blekmedel behov av att öka blekeffekten. Föreliggande uppfinning möjliggör detta och avser ett förfarande för framställning av blekt mekanisk och kemitermomekanisk massa, innefattande att lignocellulosamaterial, företrädesvis ved i form av flis, bringas att passera igenom åtminstone en förvärmare alternativt ett kemikaliebehandlingssystem, en ångseparator och en raffinör där lignocellulosamaterialet omvandlas till en massasuspension, som efter ångavskiljning föres vidare åtminstone till ett uppehållskärl (latencykar) och till ett sileri, varifrån huvuddelen av massasuspensionen uttages som i huvudsak färdig produkt eller uttages och föres vidare till ytterligare behandlingssteg och att reducerande blekmedel tillsättes den framlöpande massasuspensionen utan utnyttjande av blektorn eller dylikt, kännetecknat därav, att blekmedlet tillsättes i en position efter raffinören och före silning och att blekning av massan äger rum vid för positionen och just efter positionen givet ur temperatursynpunkt drastiskt förhållande.



•